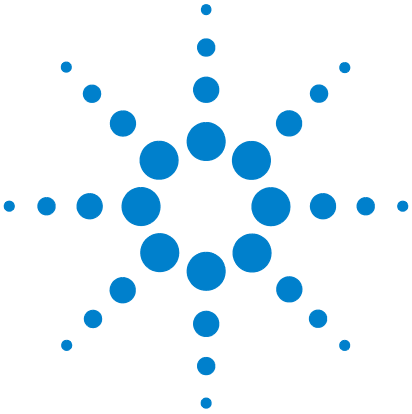


Agilent 240 イオントラップ GC/MS

ハイブリッドイオン化ユーザーガイド

Agilent Technologies

注意

©Agilent Technologies, Inc. 2011

このマニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデータの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

マニュアル番号

G3931-96004

エディション

第 1 版、2011 年 5 月

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051 USA

安全にご使用いただくために

注意

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、製品の破損や重要なデータの損失にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、**注意**を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、注意を無視して先に進んではなりません。

目次

1 サンプル分析

概要 5
- 試薬イオンの表示 6

サンプル導入 7
- 試薬ガスのイオン化 7
- 試薬イオンの転移およびトラッピング 8
- サンプルのイオン化 8
- イオンストレージ 9
- 選択性について 11

CI 試薬の設定 13
- メタン CI の据付 13
- CI ガス流量の調整 13

データ測定 14
- メソッドのアクティブ化 15
- シングルサンプルの注入 16
- サンプルリストからの注入 17
- 分析ステータスのモニタ 18

2 機器の始動

真空排気の開始 19
- 真空ステータスをチェックします。 20
- 診断テスト 21
- システム温度の設定 22
- スタートアップとシャットダウン 23
- 診断チェック 25
- 調整とチューニング 25
- オートチューン 27

3 メソッドの作成

スキャン機能 31

新しいメソッドのウィザードの使用 33
- メソッドセグメントの編集 37
- マニュアルコントロールでのメソッド表示 45

4 モード変更

- 内部からハイブリッドへ 49
- 外部からハイブリッドへ 49
- ハードウェア変更の影響 50

1 サンプル分析

概要

ハイブリッドコンフィグレーションは、Agilent 240 Ion Trap GC/MS システムの 3 つの操作コンフィグレーションの 1 つです。ハイブリッドコンフィグレーションでは、試薬ガスの電子イオン化（EI）経由の外部ソースで試薬イオンが作成されます。これらの試薬イオンは、さらにイオントラップに引き込まれ、GC カラムから溶出した分析対象物に反応します。これらの反応は化合物イオンを作成し、それらはイオントラップに保持されます。

この技術の利点は、ニュートラルな試薬によるイオン - 分子反応を回避したり、外部ソースからトラップへの移動時に発生するネガティブイオンの損失を回避たりすることです。

ハイブリッド CI は、EI よりも穏やかなイオン化技術です。すなわちハイブリッド CI では、EI よりもサンプル分子に伝えるエネルギーが少なくなります。したがって、イオン化されたサンプル分子が受けるフラグメント化はより少なく、分析対象物の分子量のイオンはより測定されやすくなります。分子量確認に加え、ハイブリッド CI マススペクトルは通常、EI マススペクトルからは得られない可能性のある重要な構造情報を提供します。

ハイブリッドモードでは、外部イオン化オプション、化学イオン化オプション、およびセキュリティチップが必要ですが、特有のハードウェアは必要としません。ハイブリッドモードでは、外部ソースを配置し、サンプルが直接イオントラップに入るようにトランスファラインを配置する必要があります。他のコンフィグレーションと同様に、選択的イオンストレージ（SIS）を含む Ion Preparation 技術を実行でき、オプションのソフトウェアおよび装備を使用すると、タンデムマススペクトロメトリー、自動メソッド開発（AMD）、MS/MS、MS^n、および Multiple Reaction Monitoring（MRM）が実行できます。詳細は、『240 Ion Trap GC/MS ソフトウェア操作ヘルプ』を参照してください。

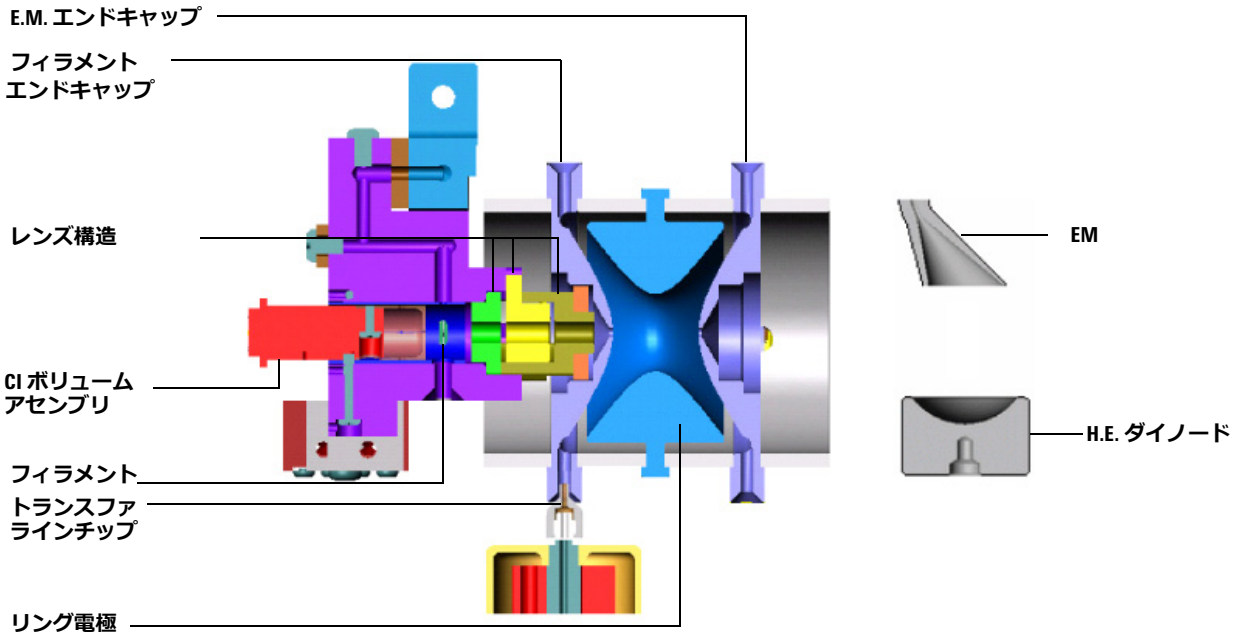
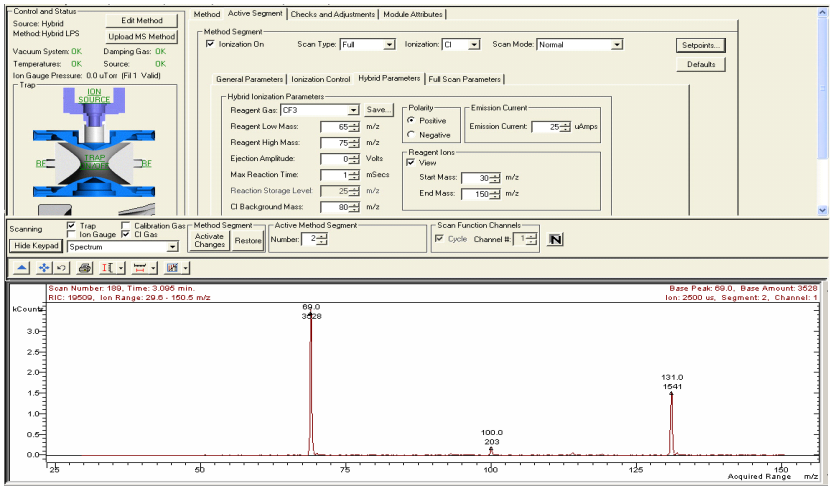


図 1 ハイブリッドイオン化コンフィグレーションのダイアグラム

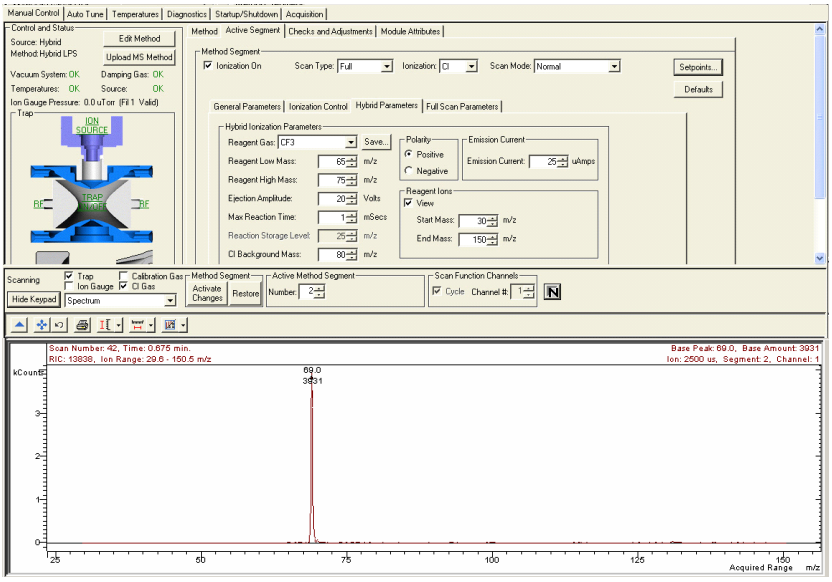
試薬イオンの表示

［View Reagent Ions］を使用して、各試薬イオンのアイソレーションをチューニングします（以下の図を参照）。最初の図では、試薬イオン開始および終了質量で設定されているすべてのイオンを表示します。

Ejection Amplitude が指定されていないため、範囲内のすべてのイオンが表示できます。



次の図では、Ejection Amplitude 幅が 20 V に設定されていて m/z 100 と 131 のイオンが排除されています。



サンプル導入

化合物は、トランスファライン経由で GC カラムを経て、イオントラップに導入されます。

試薬ガスのイオン化

ポジティブ化学イオン化（PCI） 試薬ガスはイオントラップに導入され、ＥＩ はそのガス上で実行されて、試薬イオンを生成します。試薬イオンはさらに、サンプル分子とイオン-分子反応を行い、サンプル分子のイオンとそのフラグメントを生成します。

試薬イオン生成は、複雑な場合があります。たとえば、メタンを試薬ガスとして使用する場合、試薬イオンは以下のように形成されます。

まず、メタンがイオン化され、以下の 2 つの一次イオンを形成します。

$$CH_4 + e^- \rightarrow (CH_4^{\bullet})^+ + 2e^-$$

$$CH_4 + e^- \rightarrow CH_3^+ + e^- + H^-$$

これらの一次イオンはさらに、非常に素早く反応し、主に二次イオン CH_5^+ および $C_2CH_5^+$ を形成します：

$$(CH_4^{\bullet})^+ + CH_4 \rightarrow CH_5^+ + CH_3^{\bullet}$$

$$CH_3^+ + CH_4 \rightarrow C_2CH_5^+ + H_2$$

安定したネガティブイオンは、電子イオン化をもとに外部イオンソース内に形成されます。

たとえば、メタノール CI 試薬は、m/z 31 の安定したネガティブイオンを形成します：

$$CH_3OH + e^- \rightarrow (CH_3OH)^{-\bullet}$$

$$(CH_3OH)^{+\bullet} + CH_3OH \rightarrow CH_3O^{\bullet} + CH_3O^- + H_2$$

試薬イオンの転移およびトラッピング

逆の極性の電圧をイオンソースとイオントラップ間の 3 つのレンズへ印加することにより、試薬イオンはイオントラップに導入されます。レンズ電圧は、ハイブリッド PCI ではネガティブ、ハイブリッド NCI ではポジティブになります。レンズの電圧はオートチューンでチューニングされ、イオントラップに向けたイオンのフォーカスを最適化します。イオントラップに印加されたトラップ DC オフセット電圧によるポテンシャルによってRF Storage Levelを超える質量のすべてにイオンをトラップします。デフォルトの RF Storage Level は 35u で、この m/z を超えるイオンのみがイオントラップに保存されます。したがって、m/z 17 および 29 の CI 試薬イオンは保存されず、35 u を超える試薬イオンのみが分析対象物分子と反応します。試薬イオンを選択するこの機能は、ハイブリッドモードでの選択性に追加できます。

サンプルのイオン化

第 2 ステップで、GC カラムから溶出したサンプル分子は、ポジティブ化学イオン化またはネガティブ化学イオン化により、質量分析計でイオン化されます。

ポジティブ化学イオン化：正に荷電された試薬イオンと GC 分析対象物間のイオン-分子反応。

試薬イオンとサンフル分子間には、以下の 4 つの基本反応かあります。

（A）プロトン移動： $(RH)^+ + M \rightarrow (MH)^+ + R$

（B）ハイドライド引き抜き： $R^+ + M \rightarrow (M - H)^+ + RH$

（C）付加： $R^+ + M \rightarrow (MR)^+$

（D）電荷交換： $R^+ + M \rightarrow M^+ + R$

R^+ は、二次試薬イオン、M はニュートラルサンプル分子を示します。

メタンを使用するハイブリッド CI では、プロトン転移（A）が主要反応で、次に多く観察される反応は付加（C）です。いずれの場合でも、結果として生じる偶数電子イオンは通常比較的安定しており、強力に（M+1）プロトン化された分子または（M+29）および（M+41）付加イオンは、同じ成分の EI スペクトルが分子イオンを示さない場合でも、頻繁に観察されます。メタンは、ハイブリッドコンフィグレーションの最も有用な PCI 試薬ガスとして推奨されています。

ネガティブ化学イオン化：負に荷電された低エネルギー電子は、電子親和性の高い GC サンプル分子に取り込まれます。

メタンは、ネガティブ化学イオン化において、PCI においてとは異なる機能を果たします。イオン源におけるメタンのイオン化に加え、メタンに衝突する電子は、この過程でエネルギーの多くをメタンの分子とイオンに転移します。イオン源のメタン圧力が高い場合、メタン分子と電子間の衝突回数が多くなります。この際、一部は熱エネルギーとなり、最終的に電子エネルギーは 1 eV 未満のレベルになります。電子エネルギーがこのように低い場合は、電子親和性の高い分子への付加が可能になります。

イオンストレージ

試薬イオンと分析対象物間の反応に続いて、イオントラップのリング電極に印加された RF フィールドにより、化合物イオンはイオントラップ空間に蓄積および安定化されます。イオン化中のこの RF フィールドの電圧は比較的低く、目的の質量範囲全体のイオンが蓄積できます。イオントラップへの補助ヘリウムガス流量は、イオン運動の衝撃を和らげ、イオンをトラップのより中心にフォーカスします。重いガスはマススペクトルの分解能が低いため、ヘリウムがバッファガスとして使用されます。流量 1 mL/min を使用します。

Ion Preparation

イオンがトラップに保持された後、これらに対する操作になります。生成後イオントラップ内に貯蔵されたイオンから特定のイオンを単離したり、排除したりすることが可能なウェーブフォームをイオントラップ電極に与えることができます 。

質量分析を行う前に、選択的タンデムマススペクトロメトリー（MS/MS）やイオンストレージ（SIS）などのオプション操作をトラップ内に貯蔵されたイオンに対して行うことができます。MS/MS では、親イオンが単離され、さらにヘリウムバッファガスを使用したコリジョンにより解離されて、プロダクトイオンを形成します。SIS では、共鳴

ウェーブフォームが与えられ、貯蔵された質量範囲内のイオンから不要なものを排出し、目的の質量範囲のイオンのみでトラップを満たします。Ion Preparation メソッドの利点は、他のサンプル前処理と同様、ノイズ低減や選択性の増加などです。

ハイブリッドコンフィグレーションの Ion Preparation には、SIS、MS/MS、MS^n、および MRM があります。SIS はすべての機器に含まれますが、MS/MS、MS^n、および Multiple Reaction Monitoring（MRM）は MS/MS オプションのインストール時にのみ使用できます。

イオン分析

蓄積されたイオンは、リング電極に与える RF 電圧を高い方向にすることにより不安定な状態になります。低質量から高質量まで、イオンは連続的に不安定化され、トラップから排出されます。補足的な双極と四重極の電圧をエンドキャップ電極に適用すると、プロセスの質量分解能が改善されます。排出後、イオンはコンバージョンダイノードに衝突し、EM でのシグナル増幅処理を開始します。

イオントラップには、それを超えると質量分解能とスペクトル品質が低下する最大蓄積容量があります。生成されるイオンの数はイオン化時間に比例し、イオン化時間が長ければ長いほど、多くのイオンが生成されます。自動ゲインコントロール（AGC）は、イオン化時間をコントロールし、常にトラップに最適な数のイオンを生成します。

AGC スキャン機能は、プレスキャンおよび最大 6 つの分析スキャンセグメントで構成されています。プレスキャンで検出されたイオンの数は、分析スキャンのイオン化時間の計算に使用されます。

RF Storage Level により設定された値を超える質量をもつすべてのイオンは、イオントラップに保持され、選択された質量上限値を超えるイオンは、エンドキャップ与えられたウェーブフォームにより排除されます。詳細は、『240 Ion Trap GC/MS ソフトウェア操作ヘルプ』を参照してください。

イオンのスキャンによるマススペクトル収集

ハイブリッド化学イオン化のスキャンプロセスは、電子イオン化の場合と同様です。イオン化、トラッピング、および Ion Preparation ステップの後、イオンは変換ダイノードと EM にスキャンアウトされます。質量スキャンは、リング電極上の RF 電圧を増加することにより行われます。マススペクトルは、ユーザーの指定したスキャン範囲で、低い方から順に取得されます。イオントラップから排除されたイオンは、コンバージョンダイノードに到達します。ポジティブモードでは、-10000V に設定されたコンバージョンダイノードから電子が放出されEMの方向にはじかれます。ネガティブモードでは、+10000V に設定されたコン

バージョンダイノードからポジティブイオンが放出されEMの方向にはじかれます。シクナルは EM によって 約~10^5 増幅され、インテクレータを通して送信され、各 m/z の強度を取得します。MS データは、取り込まれた質量範囲て各 m/z のイオン-強度ペアのセットとして保存されます。各分析スキャンごとにマススペクトルは保存されます。ハイブリッド CI には、2 つのタイプの質量スキャンがあります。1 つめは、短い固定イオン時間で生成されるイオンの数をカウントするプレスキャンです。プレスキャンのイオンカウントに基づく計算後、AGC プレスキャンアルゴリズムの推奨するイオン化時間でイオンが生成され、分析スキャンが実行されます。

ライブラリサーチ

240 MS ソフトウェアに含まれるハイブリッド PCI または NCI マススペクトルのライブラリはありませんが、ユーザーがこれらのライブラリを作成することはできます。ライブラリ作成の詳細については、『240 Ion Trap GC/MS ソフトウェア操作ヘルプ』を参照してください。

選択性について

ハイブリッド化学イオン化でもともと指摘されている利点のひとつに、選択性があります。ハイブリッド PCI では、炭化水素はメタン CI でのレスポンスが低くなります。したがって、EI を使用するよりもメタン PCI を使用する方が、炭化水素で汚染されたサンプル内のターゲット化合物位置の特定はずっと簡単です。同様に、ネガティブ CI はハロゲン化化合物など高電子親和性を持つイオン種のみに高い反応を示し、他のタイプの種からの化学バックグラウンドは、クロマトグラムにも表示されません。

こうした選択性を考慮すると、メソッド開発時に、MS システムで使用可能なさまざまなイオン化や Ion Preparation のオプションを使用してサンプルを分析することは有効であります。

ハイブリッドモードの使用による詳細情報の入手

多くの分子種では、分子イオンの単分子フラグメント化が数多く存在し、分子量を同定する分子イオンの強度かほとんどもしくは全くないということがよくあります。NIST 質量スペクトルライブラリを使用したライブラリサーチを行うとこのようなことが確認できます。未知の分子種を同定しようとする場合、試薬イオンと分析対象物の反応を高度に選択することが可能になることは、分析対象物の分子量推定や異性体の構造推定に役立ちます。

CI 試薬の設定

ハイブリッドコンフィグレーションでは、複数の液体およびガスの試薬が有効ですが、メタンは最適な試薬と思われます。メタノールやアセトニトリルなどの液体試薬は、ハイブリッドポジティブ化学イオン化（PCI）では、ほとんどの分析対象物に対して反応が弱くなります。

メタン CI の据付

CI ガス据付に関するすべての詳細は、『240 Ion Trap GC/MS ハードウェア操作マニュアル』の「CI 試薬ガス配管の取り付け」セクションを参照してください。

ガス試薬を取り付けるには、以下に従います。

1 ガスボンベのレギュレータからの配管を、50 mL/min リストリクタを通して機器背面を接続します。

2 メタンタンクを開き、レギュレータの2次圧を 20 psi に設定します。

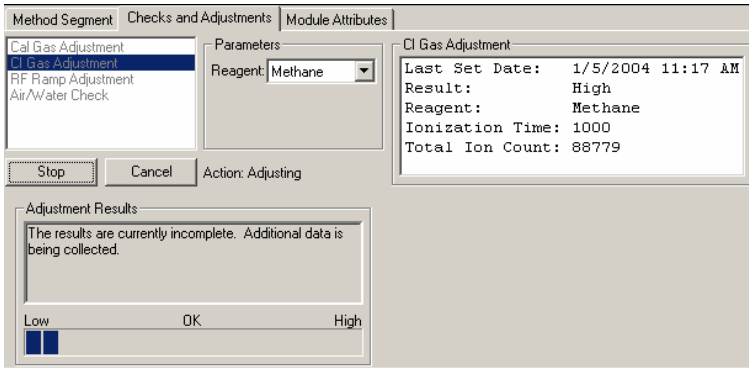
3 詳細は、『240 Ion Trap GC/MS ハードウェア操作マニュアル』を参照してください。

CI ガス流量の調整

1 ［Manual Control］の［Checks and Adjustments］タブダイアログを開きます。

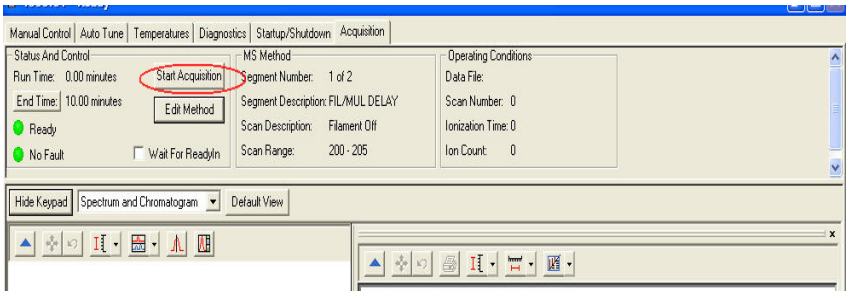
2 **［CI Gas Adjustment］**をクリックし、**［Start］**ボタンをクリックします。

3 240 MS のフロントドア内側の CI ガス調整バルブを使用します。ノブを時計回りに回すと流量が増加し、反時計回りに回すと減少します。イオンゲージ圧力を 70 ～ 100 µTorr の範囲内に設定することが目標です。調整結果が OK になるまでガスを調整します。



データ測定

[Start Acquisition] をクリックして分析を開始します。機器が他のモードのときに分析を開始すると、MS モジュールは自動的に測定(Acquisitio)モードに変わります。



GC が準備完了していない場合は、画面の一番上に「Not Ready」メッセージが表示されます。GC とオートサンプラがレディステータスになった後、「Not Ready」のメッセージは「Ready」に変わります。コンポーネントの個々のレディステータスを確認するには、一番上の Windows プルダウンメニューで、240 MS、7890 GC、およびサンプラのモジュールのステータスを表示します。コンポーネントがレディになった後、分析を開始できます。

分析は、シングルサンプルまたは自動シーケンスとして実行できます。

シングルサンプルを実行するには、以下に従います。

- マニュアルモードで実行するには、16 ページの「シングルサンプルの注入」を参照してください。
- 自動モードで実行するには、17 ページの「サンプルリストからの注入」を参照してください。

クイックスタートから、シングルサンプルとサンプルリストの両方を実行できます。クイックスタートの詳細については、『240 Ion Trap GC/MS ソフトウェア操作ヘルプ』を参照してください。

ステータスとコントロール

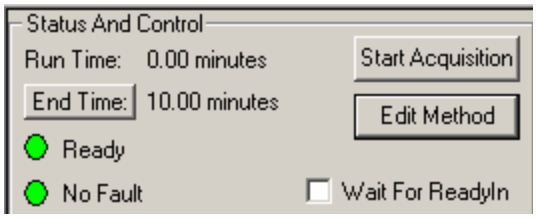
測定を開始する前の［Status and Control］フィールドは、以下の図のようになります。

- Run Time は 0.00 分になります。
- End Time は、アクティブメソッドで 240 MS モジュールに指定された分析の長さになります。
- ［Ready］および［No Fault］ライトは緑です。

システムがレディになる前でも、[Start Acquisition] ボタンをクリックして自動化を無効にし、分析を開始することができます。ただし、この方法で開始した分析のファイル名は、自動分析で指定したファイル名ではなく 4000.x.sms になります。

[Edit Method] ボタンをクリックすると、Method Builder が開き、メソッドを変更できます。変更の保存後にメソッドの再開を求めるプロンプトが表示され、[System Control] に戻ります。

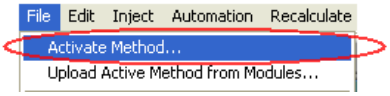
MS モジュールの終了時間を変更しても、GC 終了時間は変更されません。Windows メニューから GC モジュールにアクセスし、GC 終了時間を個別に変更する必要があります。



メソッドのアクティブ化

1 **[File]** メニューをクリックします。

2 **[Activate Method]** をクリックします。

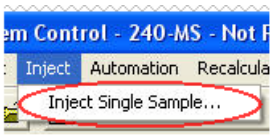


3 メソッドの選択（以下のいずれか）

- **[Recent Files]** をクリックして、最近使ったメソッド 8 件を表示します。
- フォルダからメソッドを選択した後、**[Open]** をクリックします。

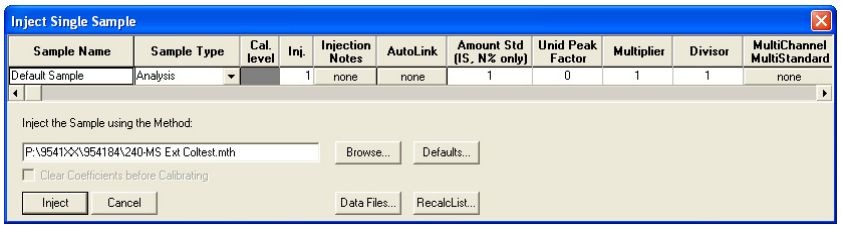
シングルサンプルの注入

1 ［Inject］メニューから［Inject Single Sample］をクリックします。



2 ［Inject Single Sample］ウィンドウが開いたら、以下を実行します。

- サンプル名を入力します。
- オートサンプラがコンフィグレーションされている場合は、サンプルバイアルのバイアル番号を入力します。
- 使用されている注入量とインジェクタが正しいことをチェックします。
- **［Defaults］**をクリックして、パラメータの初期値を変更します。
- **［Data Files］**をクリックして、日付や時間などの詳細情報を含む名前を作成するか、またはデータファイル保存のディレクトリを変更します。



3 **［Inject］**をクリックしてデータを測定します。

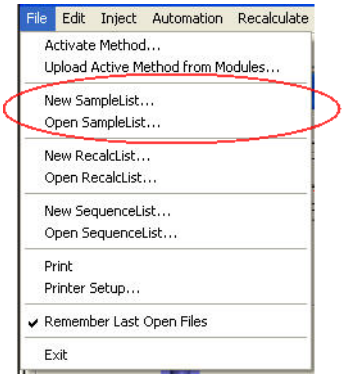
- MS が測定モードになっていない場合は、自動的にそのモードに変更されます。
- オートサンプラが注入を実行している場合は、機器モジュールがレディになった後に開始されます。
- マニュアル注入を実行している場合は、［System Control］タイトルバーに「Waiting for Injection of Sample」と表示され、［System Control］ツールバー右の「Waiting」ライトが黄色く点滅するまで待ってからサンプルをマニュアル注入します。

サンプルリストからの注入

［Automation File Editor］または［System Control］で、サンプルリスト(Sample List)の作成および編集を行います。

［System Control］でサンプルリストを編集し、複数サンプルを注入するには、以下を実行します。

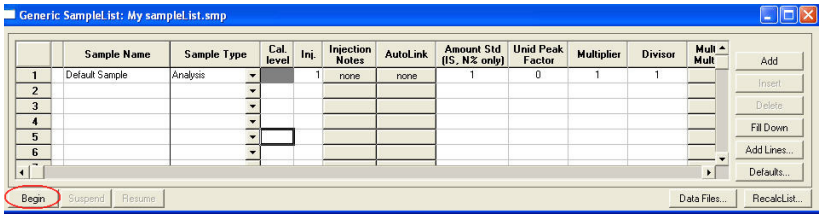
1 ［File］メニューの［New Sample List］または［Open Sample List］をクリックします。



2 サンプルリストを開く［Sample List］ウィンドウが開きます。ここには、コンフィグレーションされたオートサンプラに固有のフィールドが含まれます。以下の図を参照してください。

- スプレッドシートの列のサイズを変更するには、マウスの左ボタンを使用して枠をドラッグします。
- フォーマット設定オプションを表示するには、列のヘッダーを右クリックします。テーブルを右にスクロールしても、サンプル名列はスクロールされません。これにより、追加パラメータを入力しているサンプルが簡単にわかります。
- **［Add］**をクリックして、追加サンプルを追加します。すべてのサンプルに、名前、サンプルタイプ、およびバイアル番号を入力します。

3 左下の**［Begin］**をクリックして、サンプルリストを開始します。

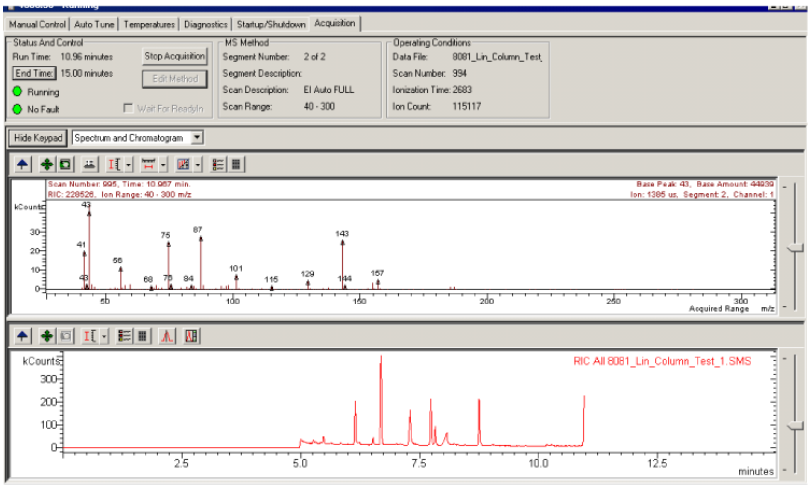


分析ステータスのモニタ

機器ウィンドウで分析のステータスをモニタします。[Status and Control] のウィンドウ、およびツールバーに分析ステータスが表示されます。

[System Control] でクロマトグラムとスペクトルをモニタできます。また、[Chromatogram] ツールバーの一番右のボタンをクリックして [MS Data Review] を起動すると測定中のデータのライブラリサーチなどが可能になります。

データ測定機能の詳細については、『240 Ion Trap GC/MS ソフトウェア操作ヘルプ』の「GC/MS データの測定」を参照してください。



2 機器の始動

真空排気の開始

以下を確認します。

- 真空接続にリークがない
- トランスファラインがトラップに設置されている
- ベントバルブが時計回りに完全に閉じている
- カラムに破損がない

主電源スイッチをオンにします。粗引きポンプのガラガラ音は約 10 ～ 20 秒後に停止するはずです。

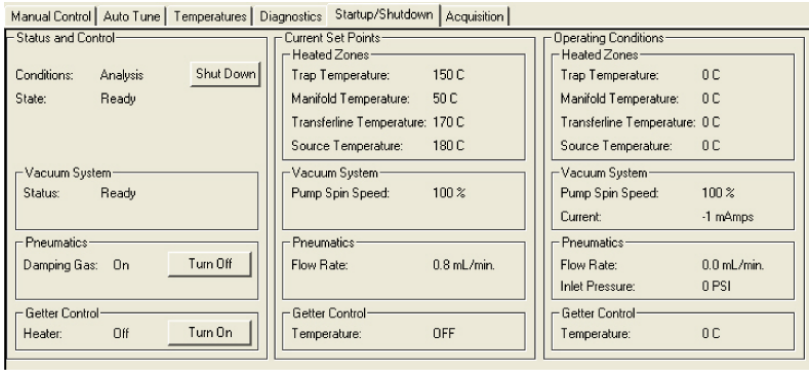
ポンプのガラガラ音が続く場合は、以下を実行します。

1 アナライザアセンブリがマニフォールドに適切に設置されていることを確認します（間隙がない必要があります）。

2 トランスファラインがトラップに設置されていることを確認します。

3 ベントバルブが閉じていることを確認します。

[System Control] を開くと、**[Startup/Shutdown]** ページが表示されます。



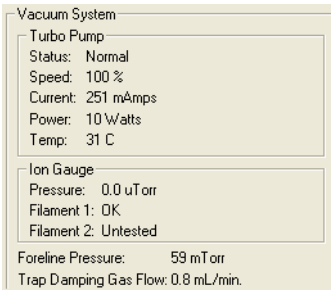
真空ステータスをチェックします。

真空測定値は、真空排気後（および操作中）の MS について多くの情報を提供します。外部モードの 240 MS の動作範囲例を、表 1 に示します。

表 1 外部モードの動作範囲例

速度	100%
電流	200 ～ 300 mAmps
電力	9 ～ 13 ワット
イオンゲージ圧力	< 20 µTorr
粗引き配管	< 50 mTorr

ポンプ回転速度が徐々に増加しない場合は、システムにリークがある可能性があります。大規模なリークは、100% 未満のターボ速度で示されます。小規模なリークは、100% になった後のポンプ電流の増加またはイオンゲージ圧力診断によって示されます（「診断」を参照）。オンゲージ測定値によって小規模なリークが見つかった場合には、Service.mth メソッドのリーク検査セクションを使用してリーク位置を正確に特定します。リークのトラブルシューティングの詳細については、『240 GC/MS Ion Trap ハードウェア操作マニュアル』の「トラブルシューティング」セクションを参照してください。



ダンピングガス（補助ガス）フローの開始

ダンピングガスの追加により、感度を向上する場合もしない場合もあります。ダンピングガスを使用せずに開始し、その後に 0.5 mL/min に増加して感度が向上するかどうかを決定します。

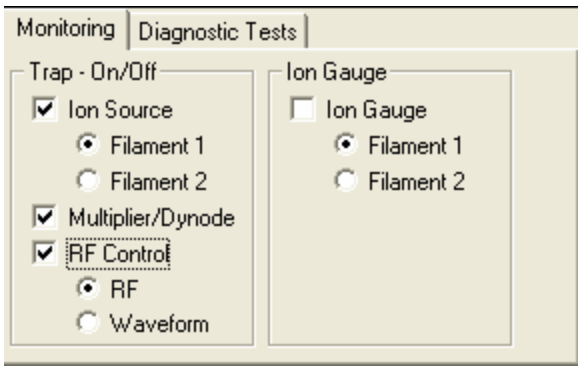
ターボ分子ポンプの速度が 100% に達したら、ダンピングガスとゲッターをオンにします。フローの開始後、ダイアログ右側の［Operating Conditions］フィールドの流量をチェックします。バッファフローは、マススペクトル分解能の維持に必要です。ヘリウムも、外部イオン源からトラップに入るイオンのトラッピングを改善します。トラッピング効

率およびその結果としてのヘリウム流量への機器感度の依存性は、化合物に依存しますが、最初に選択する流量には 3 ～ 4 mL/min が適切です。

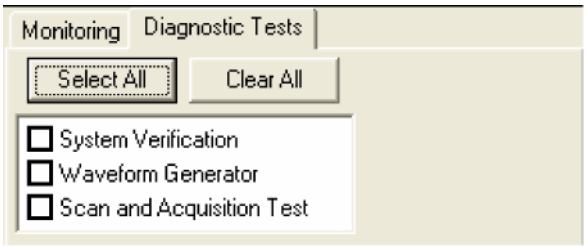
ヘリウムバッファガス流量を［Module Attributes］タブで設定します。

診断テスト

［Monitoring］タブを使用して、機器の現在のステータスをモニタします。真空システム、EM、ウェーブフォームシステム、温度、およびイオン源をモニタします。



［Diagnostics］タブを使用して、240 MS 上のハードウェアチェックを実行します。診断テストの詳細については、『240 GC/MS Ion Trap ソフトウェア操作マニュアル』の「診断」セクションを参照してください。診断テストの詳細については、『240 GC/MS Ion Trap ソフトウェア操作マニュアル』の「診断」セクションを参照してください。



システム温度の設定

分析温度

ハイブリッドコンフィグレーションの場合、イオントラップ温度は重要になります。なぜならGCカラムからイオントラップに溶出してきた分析対象物が吸着しない高さの温度が必要だからです。

イオン源温度の変更には、数分しかかかりません。ただし、レンズチューニングやマスキャリブレーションに影響を与える場合があります。目的のイオン源温度に到達した直後にマスキャリブレーションおよびトラップファンクションキャリブレーションを実行し、さらに数時間後または翌日の開始時に再度実行します。

GC カラムオーフンと MS との間にコールトホイントか存在しないように、トランスファライン温度を設定します。適切な温度はアクティブメソッドのカラム最高温度より20 ℃ 低い温度です。

マニフォールド温度（通常 50 ℃）は、室温の変動がシステムに及ぼす影響を低減します。

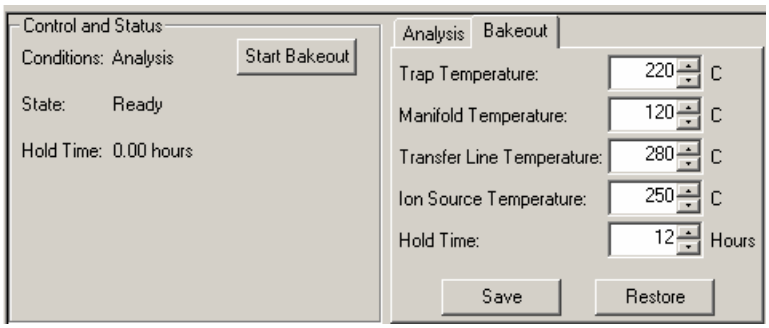
システムの焼き出し

240 MS のベント中にマニフォールド上で吸着した水を取り除くには、[System Control]の[Temperatures]タブから[Bakeout]を実行します。

また、マトリックスの多い試料を測定した後に焼きだしを行うと、MS から化学的バックグラウンドを取り除くことができます。

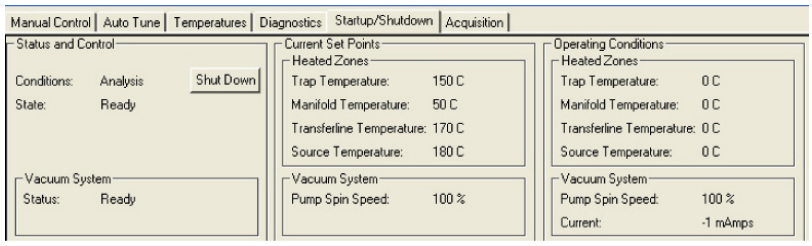
標準的な焼き出し設定は、次の図の通りです。焼き出しが開始すると、温度は［Bakeout］タブダイアログで設定した温度まで上昇します。［Control and Status］フィールドの［Hold Time］は、焼き出しが完了するまで減少します。システム温度は、［Analysis］タブで設定した温度に戻ります。焼き出し完了後 2 時間以上待機してから、オートチューンまたは 240 MS の実行を試み、すべての加熱部を完全に平衡化します。

トランスファライン温度が、カラムのアイソサーマル時の最高温度を超えないようにします。



スタートアップとシャットダウン

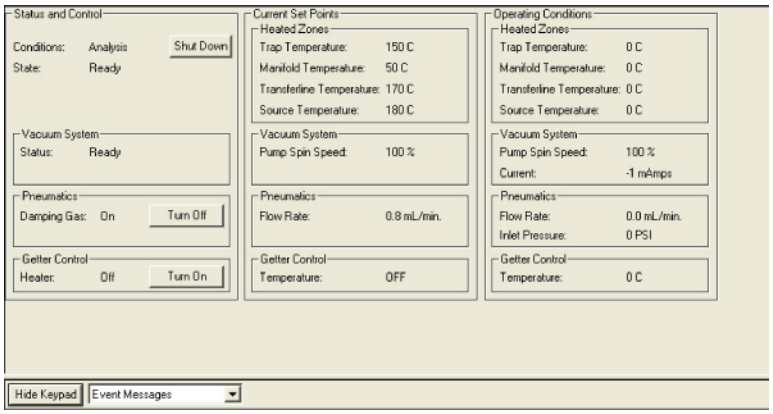
[Startup/Shutdown] を使用して、安全かつ規則的な方法でシステムをスタートアップまたはシャットダウンします。



システムの始動

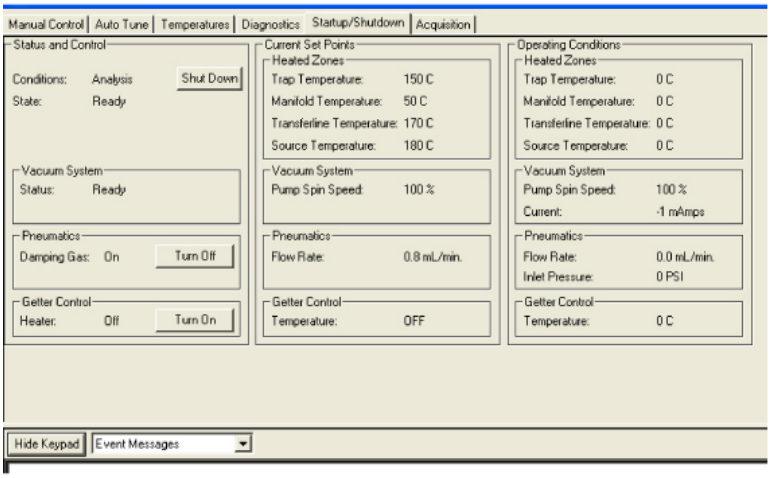
システムの電源を投入すると、[System Control]が[Startup/Shutdown]モードで動作します。システムのスタートアップ時には、**[Operating Conditions]** セクションで、ターボポンプ速度の増加を観察できます。速度が 100% に達するまで、ソフトウェアはスタートアップ / シャットダウンモードにロックされます。**[Operating Conditions]** セクションでは、加熱部の温度測定値の上昇も表示できます。

適切な時間内に 100% のポンプ速度に到達できない場合はリークが存在し、修正作業が必要になります。詳細については、『240 GC/MS Ion Trap ハードウェア操作マニュアル』の該当する「トラブルシューティング」セクションを参照してください。



システムのシャットダウン

240 MS をシャットダウンするには、画面左上の **[Shut Down]** ボタンをクリックします。ヒーターがオフになり、ターボポンプの速度が最高速度の 35% まで徐々に減少します。次の図では、**[Shut Down]** がクリックされています。ターボポンプ速度は、温度が下がるにつれて減少することに注意してください。



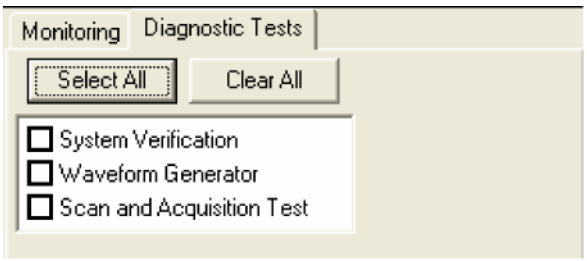
シャットダウン後にシステムを再始動するには、画面左の **[Start Up]** をクリックします。ポンプが再始動し、ヒーターがオンになります。

すべての加熱部が 80 ℃ 未満になった後、システム前面下のスイッチを使用して主電源をオフにします。フロントパネルのバルブを使用して、5 分間以上システムをマニュアルでベントします。

真空マニフォールドからアナライザアセンブリを持ち上げる前に、トランスファラインを退避させます。トランスファラインの退避に失敗すると、トランスファラインチップおよびトラップアセンブリが破損することがあります。

診断チェック

ターボ分子ポンプが 100% の速度に達した後、操作を実行できます。[Diagnostic]モードの［Diagnostic Tests］タブダイアログですべての手順を実行し、機器の問題をチェックします。**［Select All］**ボタンをクリックし、さらに［Control and Status］エリア左の**［Start Diagnostic］**ボタンをクリックします。テストに不合格の場合は、『240 GC/MS ハードウェア操作マニュアル』の関連する「トラブルシューティング」セクションを参照してください。



調整とチューニング

RF チューン

以下のいずれかを実行した後に、［Manual Control］の［チェックと調整］タブダイアログで RF チューンを調整します。

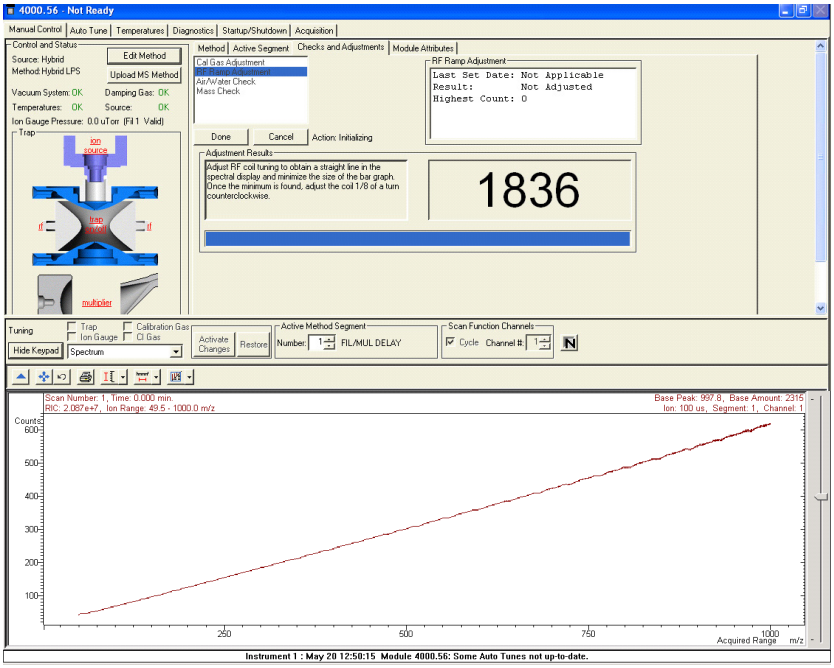
- MS メンテナンスの実行。
- アナライザアセンブリの変更。
- MS コンフィグレーションの変更。

RF ランプ調整

1 ［Manual Control］の［Checks and Adjustments］タブで［RF ramp adjustment］をクリックします。

2 **［Start］**をクリックします。

3 マイナスドライバを使用して、チューニング表示が直線になり強度が最小になるまで、240 MS フロントドア内側の RF 調整ネジを時計回りまたは反時計回りに回します。［Adjustment Results］フィールドのステータスバーが、［OK］より下に来る必要があります。



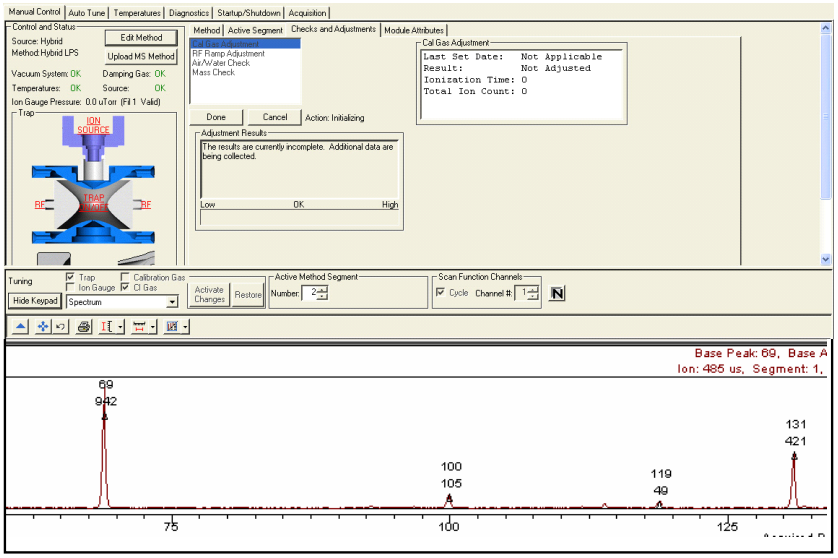
キャリブレーションガス調整

オートチューン手順を実行する前に、PFTBA（または FC-43）キャリブレーションガスの流量をチェックします。

キャリブレーションガスを調整するには、以下を実行します。

1 ［Manual Control］の［Checks and Adjustments］タブで［Cal Gas Adjustment］をクリックします。

2 240 MS フロントドア内側のキャリブレーションガスバルブを回します（時計回りに回すと流量が減少し、反時計回りに回すと流量が増加します）。［調整結果］フィールドに［OK］と表示されるまで、流量を調整します。



CI ガス調整

ハイブリッド化学イオン化（CI）モードでデータを測定する前に、CI 試薬ガス圧力を調整します。メタン CI ガスの設定方法の詳細は、13 ページの「CI 試薬の設定」セクションに記載されています。

空気 / 水のチェック

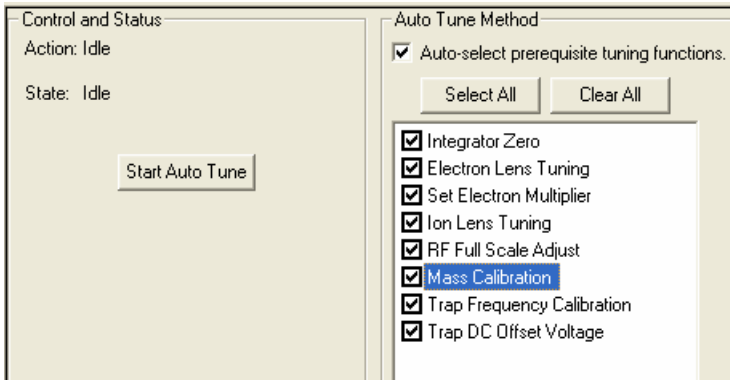
エアリークまたはシステムの焼き出しの必要が原因で、システムの空気または水の圧力が高過ぎると、パフォーマンスが低くなります。この作業は、空気および水のレベルに関する情報を提供します。

[Air/Water Check] では、10^5 ゲインの EM 電圧を使用し、マニュアル設定は行いません。EM を交換した場合は、空気 / 水のチェックを実行する前に EM をオートチューンします。

オートチューン

コンフィグレーションと設定によっては、すべてのオートチューン項目が必要でない場合があります。機器の立ち上げ時およびメンテナンスを行った場合にはオートチューンを実行します。また、温度変更や RF 調整を行った場合には、マスキャリブレーションとトラップファンクションキャリブレーションを実行します。

オートチューンは、EI モードでもハイブリッド CI モードでも同様に動作します。ハイブリッド CI で、別の自動設定、チューニング、キャリブレーションプログラムを実行する必要はありません。



インテグレータゼロ

インテグレータゼロは、フィラメントがオフの場合に、インテグレータ回路からのシグナルレベルの平均値を取得します。フィラメントがオフの場合、この回路からのシグナルの主な原因は電子的なノイズです。インテグレータゼロは、電子的なノイズが人工的なイオンを生成せず、かつトラップから放出されたイオンがマルチプライヤーで測定可能なシグナルを生成するように調整されます。

em の設定

EM の設定では、約 10^5 のマルチプライヤゲインと最適なピーク強度および分解能を得られるように EM 電圧を調整します。

電子レンズチューニング

電子レンズチューニングは、レンズのスイッチをオンまたはオフにした直後のエミッション電流のモニターを行っています。レンズが不均衡な場合、エミッション電流はやがて変化し、平衡状態になります。平衡値が 200 ～ 300 µA の範囲を超えると、アルゴリズムは 4 つの変数を 1 つずつ変更して最適な値を検索します。レンズチューニングで最適な電圧設定を検出できない場合、オートチューンはエラーメッセージを作成し、機器の最終値をリストアします。

[Electron Lens Tuning] ボックスをクリックすると、追加の「Turn on CI gas flow during tune」オプションが表示されます。ハイブリッドモードの CI メソッドでは、電子/リペラレンズは配置された CI プランジャ（CI ボリューム）に合わせてチューンし、CI ガスをオンにする必要があります。このチューン機能を実行する前に、[Manual Control] で CI ガス流量を調整する必要があります。

イオンレンズチューニング

イオンレンズシステムは、3 つのレンズで構成されています（レンズ 1、2、3）。これらのレンズは、m/z 131 および 414 のキャリブレーションガスイオンを使用してチューニングされます。最適な電圧は、2 つのイオンの加重強度をもとに決定されます。高低両方の質量イオンの伝送は、この反復プロセスで、レンズ電圧の関数としてモニタされます。

RF フルスケール調整

RF フルスケール調整は、フルスケール調整ポテンショメータを設定し、キャリブレーションガススペクトルの高質量イオンに正しい質量を割り当てます。RF フルスケール調整は、マスキャリブレーションとトラップ周波数キャリブレーションを実行することにより設定します。

マスキャリブレーション

マスキャリブレーションは、PFTBA キャリブレーションガスイオンの質量を特定し、正確に m/z 69、131、264、414、464、および 614 に割り当てます。

イオントラップ温度を変更すると、マスキャリブレーション軸が移動します。**この手順は、イオントラップ温度が 2 時間以上安定するまで実行しないでください。**イオン源温度の変更後に、質量割り当てにわずかな影響がある場合もあります。

トラップ周波数キャリブレーション

マスキャリブレーションの完了後に、トラップ周波数キャリブレーションを実行します。このキャリブレーションは、MS/MS や SIS などの Ion Preparation メソッドに必要なパラメータを決定します。またこれらのパラメータは、フルスキャン測定で測定されるイオン範囲の分離にも役立ちます。標準作業には数分かかります。

トラップ DC オフセット電圧

トラップ DC オフセットを調整し、キャリブレーションガスの m/z 414 のイオンシグナルを最適化します。このパラメータの値が最適である場合、すぐれた高質量感度が保証されます。

3 メソッドの作成

スキャン機能

ハイブリッド CI コンフィグレーションでは、外部イオン源が取り付けられますが、トランスファラインがサンプルをイオントラップに誘導します。CI 試薬イオンは外部イオン源で生成され、選択した試薬イオンのみがイオントラップに保持されます。これらのトラップされた試薬イオンは、イオントラップに入ったときにサンプル分子に反応し、イオン-分子反応によって CI プロダクトイオンを形成します。ハイブリッド CI では正負どちらの試薬イオンも使用することができます。

イオントラップは、パルス的に動作します。試薬イオンはイオン化パルス中のみに生成され、反応期間中に消費されて化合物イオンを形成します。化合物イオンの数は、分析対象物の濃度、初期試薬イオン強度、および反応時間に依存します。

空間電荷のコントロールは、AGC プレスキャンの結果を使用して実行され、分析スキャンのイオン化時間と反応時間を計算します。スペクトル強度はサンプル濃度と反応時間に比例するため、直線の検量線が得られます。

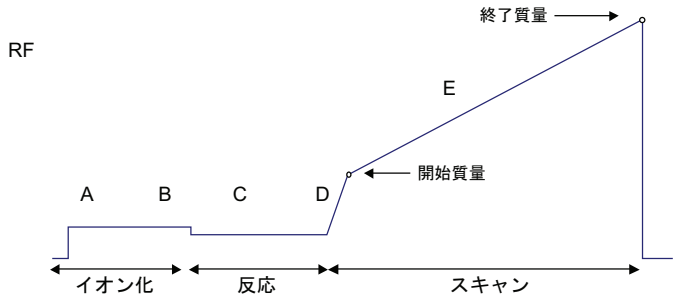


図 2　ハイブリッド CI スキャン機能（分析スキャンの部分のみ）

ハイブリッド CI 分析スキャン中には、以下のステップが生じます。

a 試薬イオンが、プレスキャンで決定した長さの時間だけイオン化されます。

b 選択した試薬イオンが、イオントラップに保持されます。イオン化と反応の間にウェーブフォームを加えることにより、選択された試薬より大きなイオンは排除されます。

c 試薬イオンがサンプル分子と反応し、サンプルイオンを生成します（反応時間はプレスキャンにより決定されます）。

d 試薬イオンが排除されます。

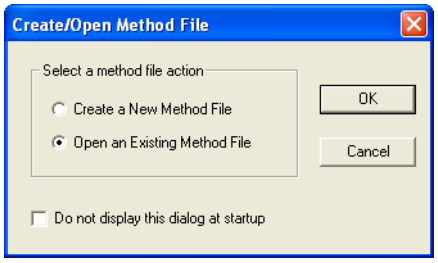
e サンプルイオンのハイブリッド CI マススペクトルが取り込まれます。

イオン化時と反応時の RF Storage Level は同じ値にも別々な値にも設定することが可能です。

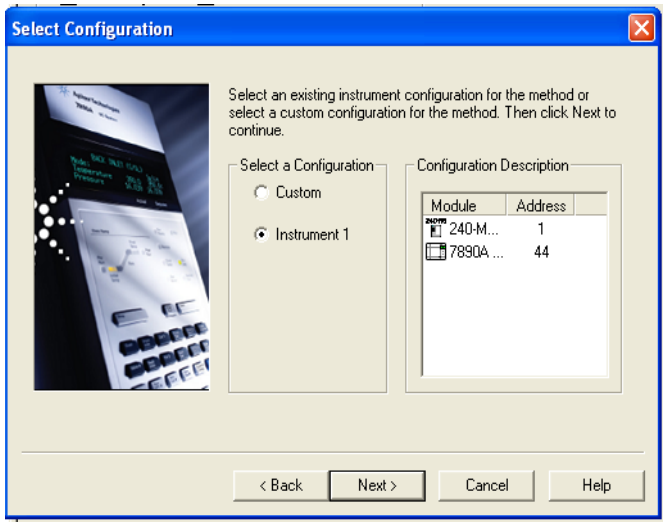
新しいメソッドのウィザードの使用

1 ワークステーションツールバーの[Method Builder]アイコンをクリックします。

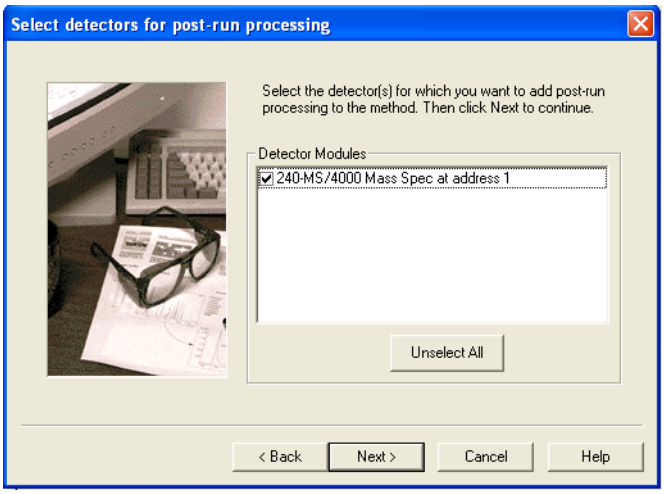
2 [Create a New Method File] をクリックします。ウィザードに従って、この新しいメソッドを作成します。このメッセージを今後表示したくない場合は、[Do not display this dialog at startup] ボックスをオンにします。



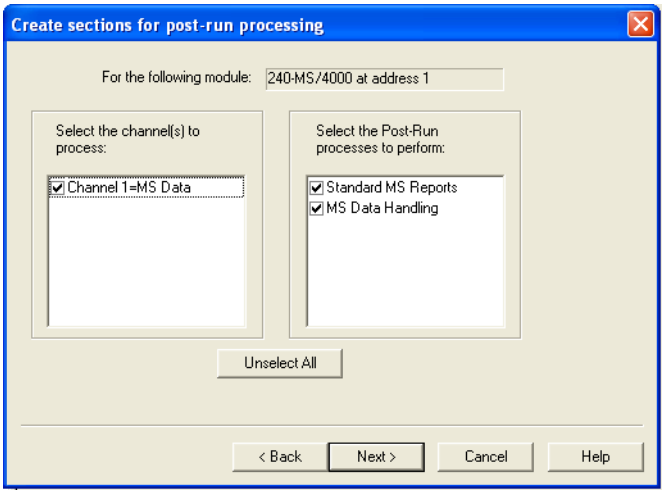
3 [Instrument 1] を選択して、[Next] をクリックします。カスタムコンフィグレーションを使用すると、機器から PC リモート上のメソッドを作成できます



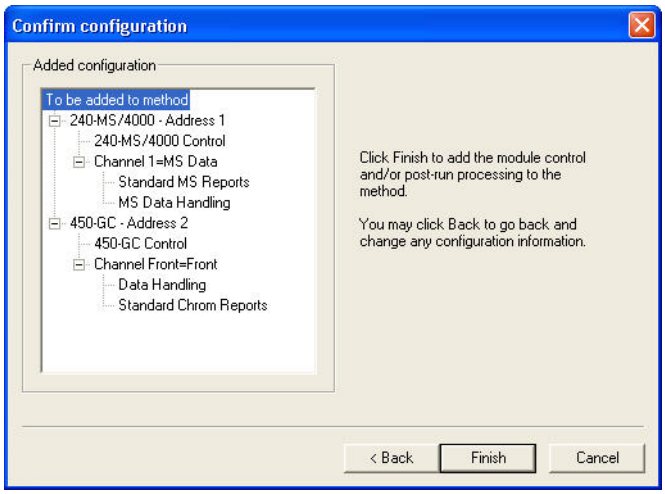
4 ポストラン処理の検出器を選択し、**[Next]** をクリックします。



5 各検出器のデータチャンネルとポストラン処理のタイプを選択し、**[Next]** をクリックして次の検出器を表示します。



6 **[Finish]** をクリックしてメソッドを追加します。ウィザードで、ハードウェアのコントロール、データ収集、および指定されたポストラン処理の実行に必要なすべてのセクションを含むメソッドが作成されます。メソッドは、すべてのパラメータの初期値を含みます。データ処理とレポートに関する情報は、『MS ワークステーションソフトウェアリファレンスマニュアル』を参照してください。



メソッドは、7890 GC コントロール、240 MS コントロール、標準 MS レポート、および MS データ処理のセクションを含みます。

メソッドの名前

1 **［File］**メニューで、**［名前を付けて保存］**をクリックします。

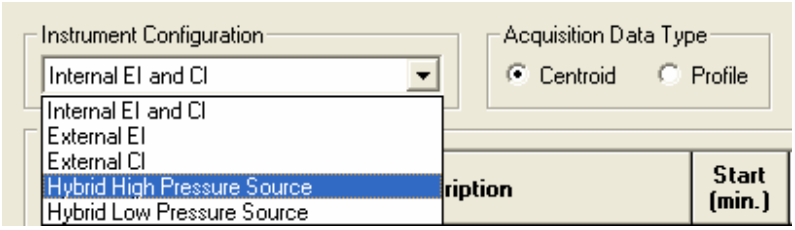
2 メソッドの名前を入力します。

3 メソッドを保存するフォルダを選択します。

4 **［Save］**をクリックします。

240 MS 機器コンフィグレーション

コンフィグレーションでは、データ測定に使用できるイオン化モードを定義します。ハイブリッドモードでは、コンフィグレーションは化学イオン化（CI）です。機器コンフィグレーションは、MS メソッドエディタ左上のドロップダウンリストボックスから選択して設定します。



ハイブリッドコンフィグレーションのオプション

ハイブリッドメソッドは、EI モードを要求するオートチューンメソッ

ド実行時を除き、ポジティブまたはネガティブイオンの CI モード（PCI または NCI）でのみ実行できます。これらのメソッドの両方で、CI 試薬イオンは外部イオン源で形成され、イオントラップに引き込まれて GC カラムから溶出した化合物と反応します。選択メニューのハイブリッド HPS および LPS のオプションに注意してください。ハイブリッド HPS（高圧ソース）は、イオン源に挿入された CI ボリュームを使用して実行し、LPS（低圧ソース）オプションは EI ソースで発生します。

測定データタイプの選択

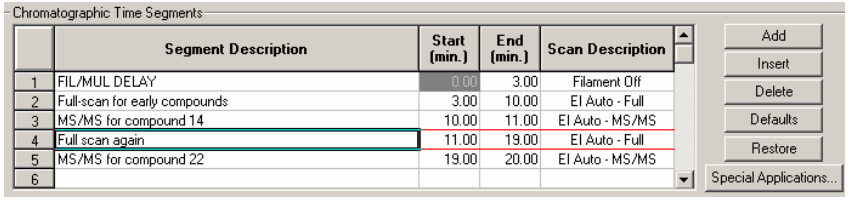
セントロイドデータは、デフォルトの測定データタイプです。データ処理、ライブラリサーチ、およびスペクトル比較は、セントロイドデータを使用する場合にのみ実行できます。検出器からのアナログシグナルは、A/D コンバータに送信されます。ソフトウェアは、デジタル化されたイオンシグナルの重量の中心（セントロイド）を決定します。ソフトウェアは、デジタル化したイオンシグナルから「スティック」スペクトルを作成します。

プロファイルデータは主に診断の目的で使用されます。またプロファイルデータは、セントロイドファイルの約 10 倍の大きさですが、測定後にセントロイドに変換することができます。

プロファイルデータは m/z につき 10 ポイントで収集され、クロマトグラムと似た形のピークとして表示されます。プロファイル表示により、レスポンスの分散を観測することができ、適切なレゾリューションが得られているかどうかを判断することができます。

クロマトグラフタイムセグメントの編集

クロマトグラフタイムセグメントテーブルを使用して、分析条件の時間をプログラムし、分析の各セグメントに最適の結果を取得します。最大 650 分間の分析について、最大 250 のタイムセグメントを作成できます。デフォルトでは、分析開始時にフィラメント / マルチプライヤの遅延停止セグメントがあるため、システムはクロマトグラフ溶媒の溶出中にはダメージを受けません。このセグメントに続き、単一分析セグメントを使用してフルスキャンでマススペクトルを測定することができます。ただし、測定した質量範囲などの変数の調整、個々の分析対象物の MS/MS セグメントの挿入、および各分析対象物で最適なデータを測定する機器の設定を行うことができます。



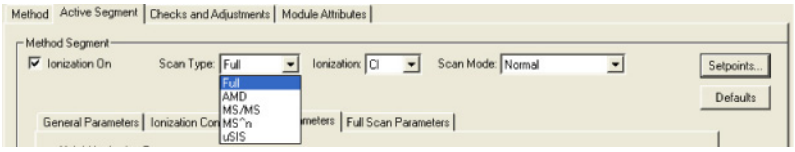
セグメントの追加または挿入を行うと、前のセグメントから新しく作成したセグメントにパラメータがすべてコピーされます。フィールドをダブルクリックして、セグメントの説明、セグメントの開始時間、または終了時間を編集します。

メソッドセグメントの編集

このセクションでは、ハイブリッド CI メソッドのパラメータの編集について説明します。ハイブリッド CI の実行についての詳細は、『4000 GC/MS ソフトウェア操作マニュアル』の「GC/MS メソッドの作成 - ハイブリッド PCI と NCI」セクションを参照してください。

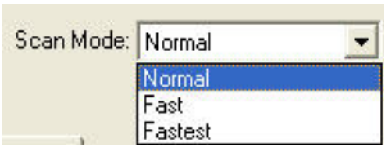
スキャン機能の設定

メニューから [Scan Type] を選択します。ハイブリッドコンフィグレーションでは、[Ionization] メニューで選択できるのは CI のみです。



240 MS には 3 つのスキャンモードがあります。デフォルトのスキャンモードは、標準です。

- **標準 (Normal)**：このスキャンモードは、[Automatic Gain Control] モードのプレスキャンを使用して最適なイオン化時間を決定し、さらにイオンを 5000 µ/sec でスキャンしてマススペクトルを収集します。
- **高速 (Fast)：**このスキャンモードも、[Automatic Gain Control] モードのプレスキャンを使用して最適なイオン化時間を決定しますが、イオンを 10000 µ/sec でスキャンしてマススペクトルを収集します。
- **最も高速 (Fastest)：**このスキャンモードでは、**プレスキャンを使用せず**、イオンを 10000 µ/sec でスキャンしてマススペクトルを収集します。このモードは、[Full] スキャンタイプでのみ使用できます。



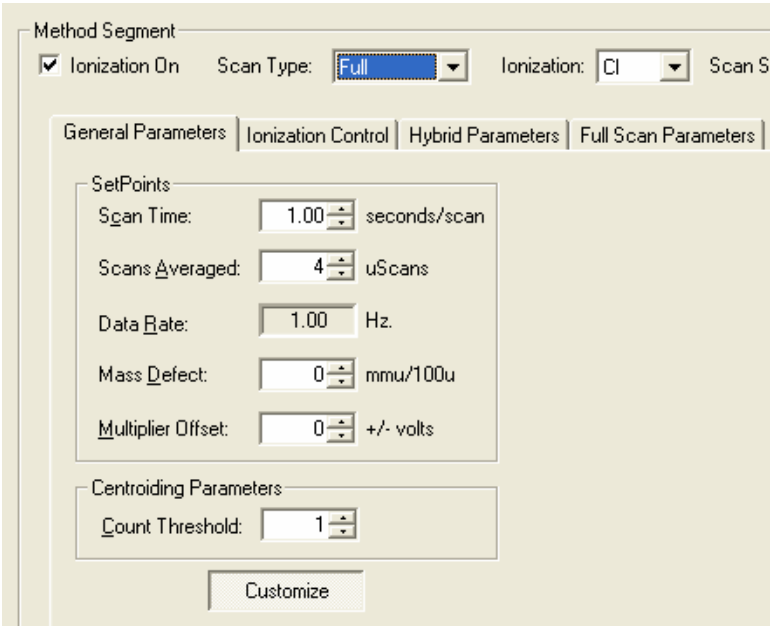
［general parameters］タブ

Scan Time、Scans Averaged、および Data Rate がリンクしています。平均するスキャンの数は、スキャン時間が調整されるときに更新され、逆の場合も同様です。スキャン時間を設定するには、質量範囲を設定し、さらに平均するスキャンの数を 3 に変更します。3 つのスキャンを平均することにより、高いクロマトグラフデータ速度と適切なスペクトル平均の間で折り合いを付けた最適な値が得られます。

Mass Defect により、原子（またはイオン）の整数質量とその精密質量間の差を体系的に修正することができます。その重要性は、NIST ライブラリか分子量を最も近い整数質量単位にのみレポートすることに起因しています。MS ワークステーションソフトウェアは、測定された強度の割り当て先となる質量を決定する必要があります。イオンの精密質量が、整数質量間の境界線近くに来る場合、ソフトウェアは不正な質量割り当てを行う可能性があります。いくつかの原子の Mass Defect は合算されて大きな Mass Defect になる場合があることから、このシナリオは、分子量の高い分子でより発生しやすくなります。たとえば、C_2Br_6 の最も軽い同位体の形状の精密質量は 497.51002 で、これは 497 または 498 のいずれかとして簡単に割り当てられます。

EM オフセットは、［Manual Control］の［Module Attributes］タブダイアログの現在の EM 設定（通常、オートチューンの 10^5 ゲイン値です）にたいして ± 300V の範囲で EM 電圧を調節します。EM 電圧が増加すると、MS/MS などの技術で特に、より高い感度が実現する場合があります。この調整は、セグメントごとに行うことが可能です。

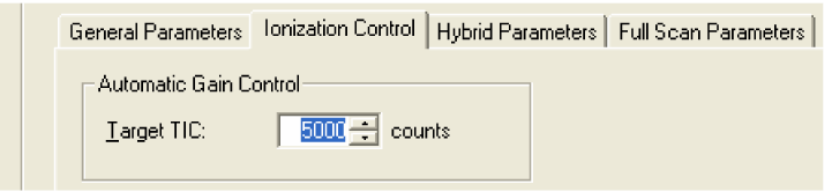
カウントスレッショルドは通常 1 です。2 または 3 のカウントは、マススペクトルでレポートされる低レベルイオンの数を低減します。この方法はライブラリサーチを改善し、データファイルサイズを小さくしますが、マススペクトルの詳細情報がやや少なくなります。カウントスレッショルドは、［Customize］ボタンがアクティブな場合にのみ表示されます。



Ionization control

ターゲットトータルイオン電流（TIC）を指定します。自動ゲインコントロール（AGC）アルゴリズムは、固定イオンタイムでのプレスキャンのイオンカウントを使用し、このターゲット値とともに、分析スキャン中にターゲットイオン数をイオントラップに充填するために必要なイオンタイムを計算します。目的は、それぞれの分析スキャン中に、最適な数のイオンをトラップに充填することです。Target TIC は通常、フルスキャン測定では 10,000 未満には設定されませんが、スペースチャージによるスペクトル変形 （MS 分解能の損失、および/または強力なクロマトグラフピークの質量割り当ての変化）が起こる可能性のある高すぎる設定にしてもいけません。一般に、最もすぐれた結果を提供するのは、20,000 ～ 40,000 カウント間の Target TIC です。

ポジティブまたはネガティブ化学イオン化のデフォルトターゲット TIC は、5,000 です。ターゲットは、最大 65,000 まで設定できます。**[Customize]** をクリックすると、最大 65000 µsec までの固定イオン化時間で測定を行ったり、AGC モードでの最大イオン化時間を変更したりすることができます。[Manual Control] で CI ガスとイオントラップをオンにし、CI 自動モードでのイオン化時間をチェックできます。



ハイブリッドパラメータ

[Reagent Low Mass] および **[Reagent High Mass]** の値で目的の CI 試薬イオンの範囲を設定します。[Reagent Low Mass] は、目的の試薬イオンのもっとも質量数の低いものより少なくとも 10 は低く設定する必要があります。これは、この試薬イオンのロスを減らすためです。[Manual Control] で、このダイアログ右側のフィールドの **[View]** ボックスをオンにして、これらのパラメータを調節することが可能です。[Reagent Low Mass] パラメータは、RF Storage Level の値を設定し、この m/z より低い質量数のイオンは排除されます。これだけでは正確な単離は行われません。これに対し、[Reagent High Mass] ステップがイオン化後に起こり、共振ウェーブフォームがイオントラップに加えられ [Reagent High Mass] で設定された値を超える m/z のイオンを排除します。

Ejection Amplitude は、CI 試薬イオンの高質量側のアイソレーションのためのウェーブフォーム電圧です。初期値は 15V です。

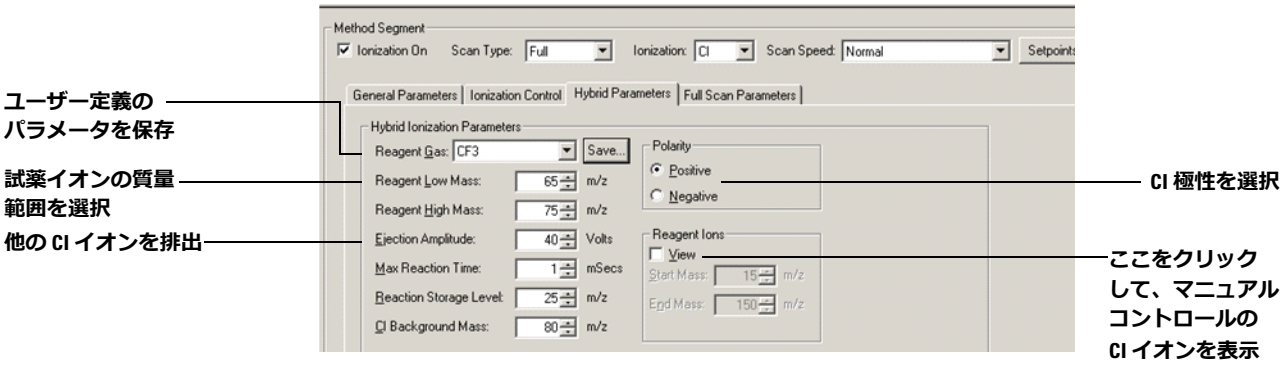
Max Reaction Time は、CI 反応の最大設定時間です。イオンか時間が、プレスキャン結果をもとに最大値を下回る値に低減される場合は、イオンか時間は比例して低減されます。このパラメータの許容範囲は 1 ～ 2000 µsec です。

Reaction Storage Level は、イオン化の後の CI 反応中のイオントラップの RF Storage Level です。CI 試薬イオンを超える値にすると試薬イオンがトラップから排除されてしまうため、試薬イオンの値よりも低く設定する必要があります。

CI Background Mass は、CI プレスキャン中に使用される最小の質量数（プレスキャンの開始質量数）です。開始質量数をより高くすることができますが、通常は分析時の開始質量値かそれより低い値に設定します。

Polarity は、ポジティブまたはネガティブを選択します。

Start Mass および **End Mass** イオンを、このダイアログで【**View**】として設定します。［Manual Control］でメソッドを開くときに【**View**】ボックスをクリックして、試薬イオンのアイソレーション調整の効果を観察します。必ずマニュアルでイオントラップと CI ガスのアイコンをオンにし、この方法で CI 試薬イオンを観察してください。

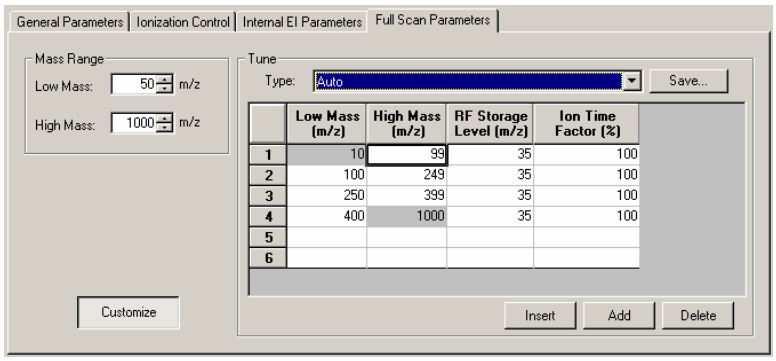


Scan parameters

各 MS スキャンタイプには、さまざまなパラメータがあります。以下に示すのは、ハイブリッドコンフィグレーションに使用する最も一般的なスキャンタイプ例（フルスキャンと MS/MS）です。すべてのスキャンタイプの詳細については、『240 GC/MS ソフトウェア操作マニュアル』の「GC/MS メソッドの作成」セクションを参照してください。

フルスキャンパラメータの設定

単一質量範囲セグメントで CI を行う場合には、測定範囲の［Low Mass］と［High Mass］にそれぞれ開始、終了の値を入力します。ただし、以下の図のように、最大 6 つの質量範囲に分割（一つのセグメントは最低 10 u以上の範囲を含む）することができます。この機能はクロマトグラフの分離をベースにして、タイムプログラムすることも可能です。このようにして、各化合物のマススペクトルに応じて、さまざまなターゲット分析対象物に対する CI 測定範囲を設定することができます。以下は、4 つのセグメントでの測定例です。



MS/MS パラメータの設定

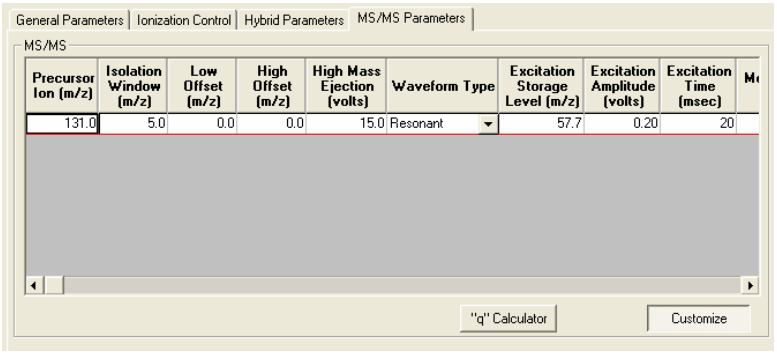
タンデムマススペクトロメトリー（またはMS/MS）は、分析対象物のイオン化の後、質量分析の前にイオンpreparationを行います。MS/MSは、電子または化学イオン化の後に実行することができます。簡単に言うと、プリカーサイオンとして設定した m/z 以外の保存されたイオンはすべて排除されます。プリカーサイオンはさらに、イオントラップに適用された waveform により励起されます。この方法で十分なエネルギーが堆積されると、ヘリウムバッファガスを使用したプリカーサイオンの衝突により、プリカーサイオンの解離が生じ、低質量のプロダクトイオンが生成します。残ったイオンがスキャンされ、MS/MS スペクトルを収集します。

適切に設計されると、MS/MS メソッドは以下を実行します。

- 大部分の同時溶出する干渉化合物を排除し、選択されたプリカーサイオンのみでイオントラップを満たします。
- 設定された脱離方法を使用してプロダクトイオンを作成し、化学ノイズを排除します。

MS/MS は、分析のターゲット化合物が既知の場合にのみ有効です。PCBやダイオキシンなど特定クラスの異性体セットを決定する程度までを除き、一般定性分析には実用的ではありません。

次の図は、［MS/MS Parameters］タブダイアログです。



Precursor Ion (m/z)：プリカーサイオンは、MS/MS アイソレーションステップで単離される目的のイオン m/z です。このプリカーサイオンの値は、MS/MS の Resonant と Non-Resonant の両方で使用します。

Isolation Window (m/z): アイソレーションウィンドウ設定範囲は、1.0 ～ 14.0 m/z です。実際の範囲は、プリカーサイオンに依存します。初期値は 3.0 m/z です。質量アイソレーションウィンドウ値は、整数値も小数値も使用できます。1.5 m/z 未満のアイソレーションウィンドウを使用する場合、プリカーサイオンの正確な質量を［Precursor Ion Mass］フィールドに入力する必要があります。

Low Edge Offset または High Edge Offset の範囲が、目的のイオンを完全に単離するために十分でない場合は、アイソレーションウィンドウの値を増加する（目的のイオンが存在しない場合）か、または低減します（不要なイオンが含まれている場合）。

Low Edge Offset: フリカーサイオン範囲の低質量側を調整するパラメータ。設定範囲は、-0.5 m/z ～ 0.5 m/z て、初期値は 0 です。

Low Edge Offset は、プリカーサイオンの低質量側のアイソレーションウィンドウに影響を与えます。質量オフセットを増加すると（デフォルトの 0 から 0.1 m/z に増加）、プリカーサイオンの低質量側のアイソレーションウィンドウが大きくなります。オフセットを減少すると（デフォルトの 0 から -0.5 m/z に減少）、低質量側のウィンドウが小さくなります。オフセットを調整して、プリカーサイオンの上の隣接質量の強度を最小化する必要がある場合があります。最初は、0.2 m/z ずらして調整します。

High Edge Offset: フリカーサイオン範囲の高質量側を調整するパラメータ。設定範囲は、-0.5 m/z ～ 0.5 m/z て、初期値は 0 です。

Low Edge Offset は、プリカーサイオンの低質量側のアイソレーションウィンドウに影響を与えます。質量オフセットを増加すると（デフォルトの 0 から 0.1 m/z に増加）、プリカーサイオンの高質量側のアイソレーションウィンドウが大きくなります。オフセットを減少すると（デフォルトの 0 から -0.1 m/z に減少）、高質量側のウィンドウが小さくな

ります。オフセットを調整して、プリカーサイオンの上の隣接質量の強度を最小化する必要がある場合があります。最初は、0.2 m/z ずらして調整します。

Low Edge Offset または High Edge Offset の範囲が、目的のイオンを完全に分離するために十分でない場合は、アイソレーションウィンドウの値を増加する（目的のイオンが存在しない場合）か、または低減します（不要なイオンが分離されている場合）。

High Mass Ejection: 単離するプリカーサイオンを上回る質量のイオンの排除に使用するウェーブフォームの電圧値。初期値は 35V です。解離によりプリカーサイオンが失われる場合は、この値を低くしてください。ただし、プリカーサイオンより高質量の一部のイオンは、排除されないことがあります。

Waveform Type:Waveform タイプは、Resonant か Non-Resonant のいずれかです。Resonant は、イオントラップにトラップされたイオンの振動周波数と一致した周波数ではありません。Non-Resonant は、イオントラップにトラップされたイオンの振動周波数と一致した周波数ではありません。

Excitation Storage Level (m/z):プリカーサイオンの単離の後、解離を行っているときの RF のレベルです。この値はプリカーサイオンの質量数に依存しますが、モニターしたいプロダクトイオンの最低質量のものはこの値を数質量数以上上回っている必要があります。プリカーサイオンの初期的な Excitation Storage Level は、“q” calculator を使用して計算できます。“q” calculator は、MS/MS パラメータテーブルの任意のフィールドで右クリックすることによりアクセスできます。

最適な excitation storage level は、プリカーサイオンのフラグメント化を起こすのに十分なストレージレベルの高さと、検出したいプロダクトイオンの最小のものがトラップできるストレージレベルのトレードオフで決まります。高い excitation storage level を使うとより高い CID 電圧（excitation amplitude）を使うことになり、プリカーサイオンにより大きなエネルギーを与えることになります。

Excitation Amplitude (volts):プリカーサイオンを励起して、プロダクトイオンに解離させるために使用する電圧。Non-Resonant の電圧範囲は、0 ～ 120V です。Resonant の電圧範囲は 0 ～ 60V です。Resonant 場合の初期値は 0.2V、Non-Resonant の場合の初期値は 20V です。

使用する Excitation Amplitude が大き過ぎる場合、プリカーサイオンとプロダクトイオンがトラップから排除されるため、両方のイオンのスペクトルがなくなります。値が小さ過ぎる場合、プリカーサイオンのスペクトルが優勢になり、プロダクトイオンのスペクトルは弱いか、観測できない状態になります。

Excitation Time: Excitation Time は、イオン励起による衝突誘起解離（CID）に必要な時間です。励起時間範囲は、0 ～ 650 msec です。デフォルトの設定値は、20 msec です。

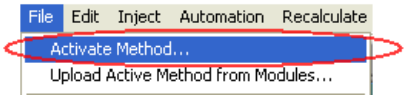
マニュアルコントロールでのメソッド表示

メソッドビルダでメソッドを作成した後、［Manual Control］でプレビューを表示することができます。すべての MS パラメータは、実行前に編集およびプレビュー表示することができます。ただし、［Edit Method］をクリックしメソッドビルダを表示して変更を行う場合を除き、セグメントの数または既存セグメントの開始時間と終了時間は変更できません。

メソッドのアクティブ化

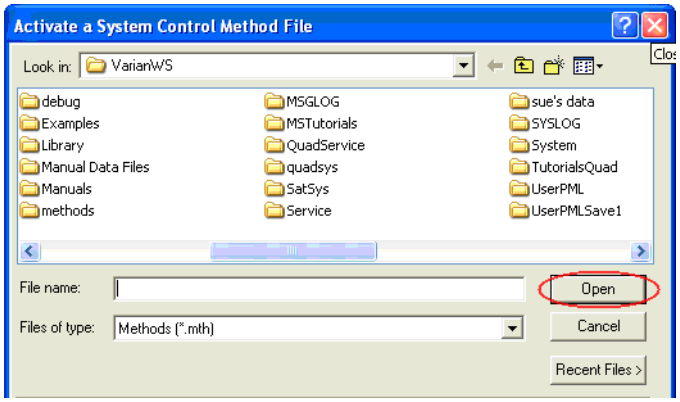
1 **［File］**メニューをクリックします。

2 **［Activate Method］**をクリックします。

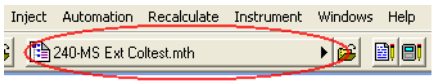


3 メソッドの選択（以下のいずれか）

- **［Recent Files］**をクリックして、最近使ったメソッド 8 件を表示します。
- フォルダからメソッドを選択した後、**［Open］**をクリックします。

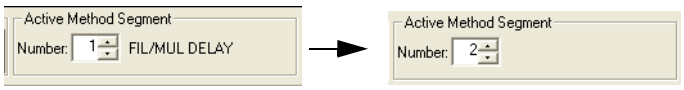


4 アクティブメソッドがツールバーに表示されます。

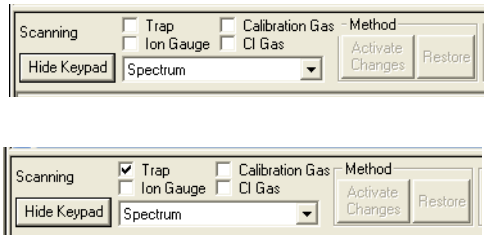


イオンの表示

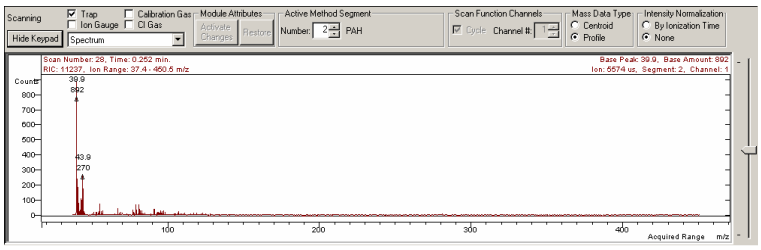
1 イオン化をオンにするイオン化セグメントを選択します。Fil/Mul Delay セグメント #1 のように、イオン化がオフになっているセグメントのイオントラップはオンにできません。イオン化セグメントの変更：



2 [Trap] チェックボックスをクリックして、イオントラップをオンにします。



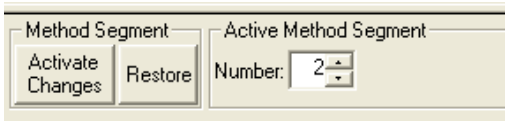
3 表示するメソッドセグメントを選択します。チェックボックスを選択して、[Calibration Gas] または [CI Gas] をオンにします。



manual control におけるメソッドの編集

アクティブ MS メソッドのすべてのパラメータを確認および編集し、測定されるマススペクトル上の変化を観察します。タブダイアログの正確なセットは、現在のメソッドセグメントのイオン化および Ion Preparation モードに依存します。

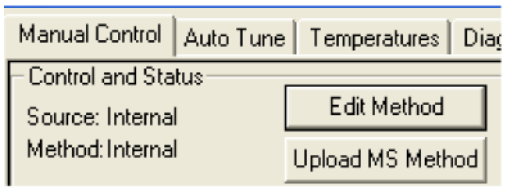
パラメータを編集した後、次の図に示すように**［Activate Changes］**ボタンをクリックして変更を実行します。



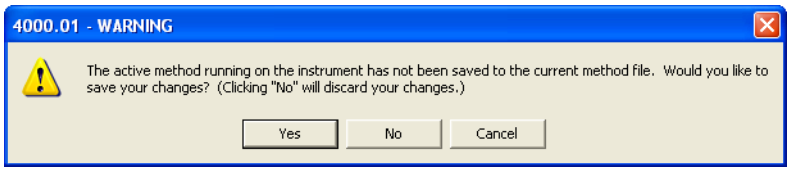
メソッドの保存

1 ［Ion Trap］アイコンの上の**［Upload MS Method］**ボタンをクリックします。

2 **［Edit Method］**ボタンをクリックして［Method Builder］を開き、変更を行って変更を保存します。



変更をアップロードしない場合、メソッドはセグメントのアク セス時に変更を行うかどうかの確認を行います。変更が行われた場合、これらの変更を保存するか廃棄するかを選択します。変更が行われた場合、これらの変更を保存するか廃棄するかを選択します。



4 モード変更

以下のトピックのいずれかに関する詳細については、『240 ハードウェア操作マニュアル』を参照してください。

内部からハイブリッドへ

240 MS を内部からハイブリッドコンフィグレーションに変換する場合は、イオン源のみを変更します。内部イオン源アセンブリを、トラップアセンブリから取り外し、外部イオン源アセンブリと交換します。

トランスファラインの向きは、内部位置のままです。

1 MS マニフォールドからアナライザアセンブリを外します。
2 イオン源を外部に変更します。
3 熱シールドを前方に移動します。
4 フィラメントアダプタを取り外し、フレックスケーブルを接続します。
5 MS マニフォールドのアナライザを交換します。

外部からハイブリッドへ

外部コンフィグレーションからハイブリッドコンフィグレーションへの変更では、イオン源アセンブリの変更は必要ありません。ただし、トランスファラインをフロントから背面に移動し、トランスファラインチップを内部タイプに変更する必要があります。

1 トランスファラインのエントリ位置を外部から内部に変更します。
2 外部ラインチップを内部チップに交換します。
3 トランスファラインチップの先から 1 mm ほど出るようにカラムを切ります。
4 ハイブリッドイオン源プラグを挿入します。

ハードウェア変更の影響

コンフィグレーションの変更後（たとえば外部から内部へ）は、[System Control］の再始動時に以下の現象が発生します。

- ［System Control］は、現在の［Module Attributes］に保存されている現在のコンフィグレーションを、ハードウェアのレポートするコンフィグレーションと比較します。
- これらが一致しない場合は、[Module Attributes] は適切なコンフィグレーションに更新されます。デフォルトメソッド（Default.mth）では、同様のプロセスが発生します。
- ハードウェアコンフィグレーションの変更後、デフォルトでは新しいメソッドに適切な機器コンフィグレーションが提供されます。

［Module Attributes］をリセットすると、前のオートチューン結果が無効になるため、オートチューンのすべての標準作業を実行する必要があります。